

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-094646

(43)Date of publication of application : 12.04.1996

(51)Int.Cl.

G01N 37/00  
G01N 27/62  
G01N 27/64  
H01J 37/28  
H01J 49/10

(21)Application number : 06-254268

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 22.09.1994

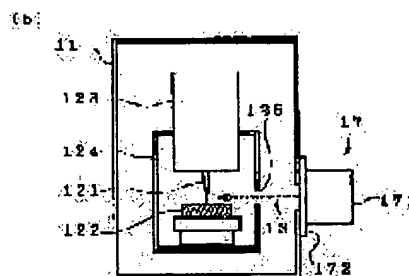
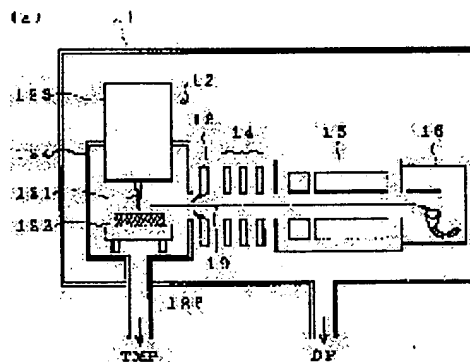
(72)Inventor : KOBAYASHI MASATO

## (54) SURFACE ANALYZER

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a surface analyzer by which a very small region can be analyzed to the same extent as a scanning tunneling microscope(STM) by a method wherein a prescribed voltage is applied to a part to be analyzed, the part is irradiated with a laser beam and generated ions are mass-analyzed.

**CONSTITUTION:** A laser-beam generation part 7 which shines a laser beam 18 at a sample chamber 124 is installed at the side face of a vacuum chamber 11. In addition, an ion extraction hole 126 is made in another sidewall of the sample chamber 124, and an ion extraction electrode 13 is fixed to it. Then, a part whose analysis is required is designated on the basis of an image on the surface of a sample which has been measured with an STM, a probe 121 is moved to the part and the probe 121 is brought close to a sample 122 until a tunnel current flows across them. Then, the inside of the sample chamber 124 is irradiated with the laser beam 18, and a voltage which is higher than an observation voltage is applied across the probe 121 and the sample 122. Thereby, atoms in a very shallow layer on the surface of the sample 122 are volatilized so as to be changed into ions. The ions 19 are mass-analyzed by a mass-analytical part 15 or the like.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**Best Available Copy**

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] a) The probe which made the head acute, and a probe migration means to hold b probe movable to the front face of a sample, c) A sample and a probe on one [ an enclosure and ] side face A laser photoconductive inlet port and the specimen container which while is another and equipped the side face with ion emission opening, d) The laser Mitsuteru gunner stage which irradiates laser light near the head of a probe through the laser photoconductive inlet port of a specimen container, e) An ion extract means to extract the ion in a specimen container from ion emission opening of a specimen container, f) A mass analysis means to perform mass analysis of the ion extracted by the ion extract means, g) While controlling a probe migration means, impressing the 1st predetermined electrical potential difference between a probe and the front face of a sample so that the tunnel current which flows between a probe and conductive sample front faces serves as a fixed value Surface analysis equipment characterized by having the control section which atomizes the front face of a sample by impressing the 2nd predetermined electrical potential difference higher than the 1st predetermined electrical potential difference.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the surface analysis equipment of a conductive (a semiconductor is included) sample which analyzes a front face (nm order) very much.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, a scanning tunneling microscope (Scanning Tunneling Microscope=STM) can be developed, and the irregularity on the front face of the matter can be observed now to the order of atomic level. The principle of STM is as follows. Predetermined potential (about [ Usually 0.1-2 ] V) is impressed between the metal probes which made a conductive sample and a conductive head acute, and both are close brought until tunnel current flows among both. The distance between the end of the probe at this time and a sample front face is usually about several angstroms. The three-dimension configuration on the front face of a sample can be measured by carrying out the two-dimensional scan of the probe along the front face of a sample, controlling the distance between a probe and a sample so that this tunnel current becomes fixed.

[0003] By making higher than the electrical potential difference at the time of the above-mentioned observation the electrical potential difference impressed between a probe and a sample, and removing the atom of the front face of a sample, the method of performing detailed processing on a sample front face is also already developed.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although much information about a sample is acquired by observing the irregularity of the front face of a sample for a high scale factor in this way, when a unique part etc. is discovered in the concavo-convex image of the front face obtained by observation, the analysis beyond it is impossible only by the concavo-convex image.

[0005] The place which accomplishes this invention in order to solve such a technical problem, and is made into the object is to offer the surface analysis equipment which can analyze the minute field of the order of level comparable as observation by STM.

[0006]

[Means for Solving the Problem] The surface analysis equipment concerning this invention accomplished in order to solve the above-mentioned technical problem a) The probe which made the head acute, and a probe migration means to hold b probe movable to the front face of a sample, c) A sample and a probe on one [ an enclosure and ] side face A laser photoconductive inlet port and the specimen container which while is another and equipped the side face with ion emission opening, d) The laser Mitsuteru gunner stage which irradiates laser light near the head of a probe through the laser photoconductive inlet port of a specimen container, e) An ion extract means to extract the ion in a specimen container from ion emission opening of a specimen container, f) A mass analysis means to perform mass analysis of the ion extracted by the ion extract means, g) While controlling a probe migration means, impressing the 1st predetermined electrical potential difference between a probe and the front face of a sample so that the tunnel current which flows between a probe and conductive sample

front faces serves as a fixed value. It is characterized by having the control section which atomizes the front face of a sample by impressing the 2nd predetermined electrical potential difference higher than the 1st predetermined electrical potential difference.

[0007]

[Function] Impress the 1st predetermined electrical potential difference (observation electrical potential difference in the usual STM) between a probe and the front face of a sample first, it adjusts the distance between a probe and a sample front face with a probe migration means, and a control section carries out the two-dimensional scan of the probe to a sample so that the tunnel current which flows between a probe and sample front faces may serve as a fixed value. In addition, of course, a probe may be fixed, a sample may be moved and both both may be moved. Thereby, the concavo-convex image on the front face of a sample is measured. Next, a control section moves a probe to the part directed from the outside (an operator, control section of an automatic analyzer, etc.), and impresses [ then, ] the 2nd predetermined electrical potential difference between a probe and a sample. Since the 2nd predetermined electrical potential difference is higher than the 1st predetermined electrical potential difference, the atom on the front face of a sample separates from a sample. The atom which is distant from a sample front face is ionized by irradiating with the laser light from a laser Mitsuteru gunner stage. This ion is drawn out by the ion extract means from a specimen container, and mass analysis is performed by the mass analysis means. Thereby, the part of a request of the front face of the observed sample can be analyzed.

[0008]

[Example] Drawing 1 - drawing 4 explain the surface analysis equipment which is one example of this invention. Each equipment of the sample section 12, the extract electrode 13, the ion lens 14, the mass analysis section 15, and the ion detecting element 16 is arranged inside the vacuum chamber 11 surrounding the whole, and a side face is equipped with the laser light generation section 17, and the surface analysis equipment of this example changes, as shown in drawing 1 (a). A vacuum chamber 11 is held at the ultra-high vacuum of  $10^{-9}$  -  $10^{-10}$  Torr extent by the diffusion pump (DP), a turbo molecular pump (TMP), an ion pump (IP), etc. at the time of measurement. In addition, although TMP and DP were illustrated in drawing 1 (a), the class of pump is not limited to these and may be used in what kind of combination.

[0009] The sample room 124 surrounding a probe 121 and a sample 122 is established in the sample section 12. Although the inside of the sample room 124 may be made to exhaust by the separate exhaust air system as shown in drawing 1, it is good also as the same degree of vacuum (the above-mentioned ultra-high vacuum) as a vacuum chamber 11, without preparing it. A probe 121 makes acute the head of the needle made from metals (Tungsten W, platinumiridium PtIr, etc.) by electric-field polish etc., and is attached in the lower part of the probe actuator 123. The probe actuator 123 consists of the drivers 24, 25, and 26 made from a piezoelectric device which drive the probe holder 27 holding a probe 121, and the probe holder 27 in each direction of X, Y, and Z, as shown in drawing 2. Expanding and contracting by impressing an electrical potential difference from the X-Y scanning circuit 22, the drivers 24 and 25 of X and the direction of Y make parallel move a probe 121 to the front face of a sample 122. Expanding and contracting by impressing an electrical potential difference from Z actuation circuit 23, the driver 26 of a Z direction moves a probe 121 vertically to the front face of a sample 122. Between the conductive probe holder 27 and the sample base in which a sample 122 is laid, the direct-current-voltage impression circuit 32 and the current detector 31 are formed. These X-Y scanning circuit 22, Z actuation circuit 23, the direct-current-voltage impression circuit 32, and the current detector 31 are connected to the probe control section 21 by each. In addition, the graphic display is omitted although it has the sample migration device for moving a sample base greatly in the sample room 124.

[0010] As shown in drawing 1 (b), the laser light generation section 17 prepared in the side face of a vacuum chamber 11 consists of the laser room 171 which builds in nitrogen (N<sub>2</sub>) laser, and the aperture 172 of the glass which makes the generated laser light 18 penetrate, or the product made from a quartz. Laser \*\*\*\* 125 for passing the laser light 18 is formed in the side attachment wall of the sample room 124 which counters the aperture 172 of this laser light generation section 17. In addition, apertures

which penetrate the laser light 18, such as glass and a quartz, may be fixed also to this laser \*\*\*\* 125.

[0011] The ion extract hole 126 is formed in the side attachment wall of another side of the sample room 124. It is fixed to this ion extract hole 126, and the above-mentioned ion extract electrode 13 pulls out the ion in the sample room 124 to the direction of the ion lens 14 electrically. The ion lens 14, the mass analysis section 15, and the ion detecting element 16 can use the same thing as what is used with the conventional mass spectroscope. Although drawing 1 (a) shows the quadrupole mold mass spectroscope, it is also possible to use other mass spectroscopes, such as a time-of-flight mold.

[0012] As shown in drawing 3, each part of the sample section 12, the laser light generation section 17, the extract electrode 13, the ion lens 14, the mass analysis section 15, and the ion detecting element 16 is connected to the analysis control section 46 through the control section 21, driver (DR)41-44, and the amplifier 45 which were formed in each. The analysis control section 46 is constituted by the computer and the mouse 48 grade the display 47 for data output and for a directions input is connected to this.

[0013] The flow chart of drawing 4 explains the procedure at the time of the surface analysis equipment of this example analyzing the front face of a sample 122, and actuation of equipment. First, when the analysis control section 46 controls the direct-current-voltage impression circuit 32 through the probe control section 21, a predetermined observation electrical potential difference (about [ Usually 0.1-2 ] V) is impressed between a sample 122 and a probe 121 (step S1). And a sample base is suspended, when a sample 122 is close brought at probe 121 head and tunnel current began to flow by moving a sample base to a Z direction. The current detector 31 performs detection of tunnel current. Next, the two-dimensional scan of the probe 121 is carried out to a sample 122 by the X-Y scanning circuit 22, and a probe 121 is made to go up and down by Z actuation circuit 23 so that the value of tunnel current may become fixed in the meantime (step S2). This moves along with the irregularity of the front face of a sample 122 in the head of a probe 121 between sample 122 front faces, with the predetermined spacing s held. By displaying change of the driver voltage of the X-Y scanning circuit 22 in the meantime and Z actuation circuit 23 in three dimensions, the concavo-convex image on the front face of a sample as shown in drawing 3 is obtained (step S3).

[0014] An operator directs the part (x mark of drawing 3) which wants to see and analyze the concavo-convex image on the front face of a sample on a display 47 to the analysis control section 46 with the input device of mouse 48 grade (step S4). The analysis control section 46 moves to the part in which the probe 121 was directed by the X-Y scanning circuit 22, and it brings both close until tunnel current flows between a probe 121 and a sample 122 (step S5). And while making the laser light 18 irradiate into the sample room 124 from the laser light generation section 17, an electrical potential difference (about [ Usually 5-10 ] V) higher than the above-mentioned observation electrical potential difference is impressed between a probe 121 and a sample 122 by the direct-current-voltage impression circuit 32 (step S6). Thereby, only the atom of the very shallow layer (number atomic layer) of the front face of a sample 122 leaves the front face of a sample 122, and volatilizes.

[0015] The atom which volatilized is ionized by the laser light 18 and drawn out by the extract electrode 13 from the sample room 124. Like the conventional mass spectroscope, the pulled-out ion 19 converges on ion incidence opening of the mass analysis section 15 with the ion lens 14, and mass analysis is carried out in the mass analysis section 15 and the ion detecting element 16 (step S7). The result of mass analysis is also displayed on a display 47 (step S8).

[0016]

[Effect of the Invention] In analysis apparatus, such as the conventional EPMA (Electron Probe MicroAnalyzer), and ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis), AES (Auger Electron Spectroscopy), since it was what analyzes by irradiating an electron beam in a part analyzing, even if it said that an analysis field was minute, the range was the order of  $\mu\text{m}$ . However, with the surface analysis equipment concerning this invention, since only the very minute field on the front face of a sample is atomized with an acute probe and mass analysis is performed, the field of nm order can be analyzed. Moreover, with the surface analysis equipment concerning this invention, since the three-dimension image of the front face of a sample can be first measured by the same approach as the usual STM, next mass analysis of the part of the arbitration in it can be performed, a more nearly many-sided

sample is analyzable.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] Drawing of longitudinal section (a) showing the configuration of the surface analysis equipment which is one example of this invention, and the cross-sectional view of the sample section (b).

[Drawing 2] The outline block diagram of the sample section.

[Drawing 3] The block diagram showing the electric configuration of the surface analysis equipment of an example.

[Drawing 4] The flow chart which shows the procedure of the surface analysis by the surface analysis equipment of an example.

[Description of Notations]

11 -- Vacuum chamber

12 -- Sample section

121 -- Probe

122 -- Sample

123 -- Probe actuator

124 -- Sample room

125 -- Laser \*\*\*\*

126 -- Ion extract hole

13 -- Ion extract electrode

14 -- Ion lens

15 -- Mass analysis section

16 -- Ion detecting element

17 -- Laser light generation section

18 -- Laser light

19 -- Ion

21 -- Probe control section

31 -- Current detector

32 -- Direct-current-voltage impression circuit

46 -- Analysis control section

---

[Translation done.]



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-94646

(43)公開日 平成8年(1996)4月12日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 37/00	B			
27/62	G			
27/64	B			
H 0 1 J 37/28	Z			
49/10				

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平6-254268

(22)出願日 平成6年(1994)9月22日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 小林 正人

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会

社島津製作所三条工場内

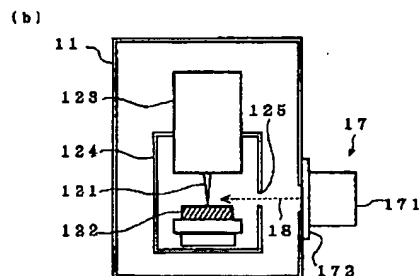
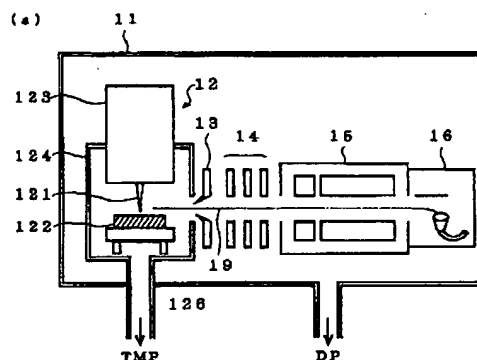
(74)代理人 弁理士 小林 良平

(54)【発明の名称】 表面分析装置

(57)【要約】

【目的】 走査型トンネル顕微鏡 (S T M) による観察と同程度のレベルのオーダーの微小領域の分析を可能にする。

【構成】 試料とプローブとの間に観察電圧よりも高い原子化電圧を印加して、試料の表面を原子化させ、それにレーザー光を照射することにより試料原子をイオン化する。このイオンを抽出電極で引き出して、質量分析を行なう。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 a)先端を尖鋭にしたプローブと、

b)プローブを試料の表面に対して移動可能に保持するプローブ移動手段と、

c)試料及びプローブを囲い、一方の側面にレーザー光導入口、別の一方の側面にイオン放出口を備えた試料容器と、

d)試料容器のレーザー光導入口を通してプローブの先端付近にレーザー光を照射するレーザー光照射手段と、

e)試料容器のイオン放出口より試料容器内のイオンを抽出するイオン抽出手段と、

f)イオン抽出手段により抽出されたイオンの質量分析を行なう質量分析手段と、

g)プローブと試料の表面との間に第1の所定電圧を印加しつつ、プローブと導電性の試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるようにプローブ移動手段を制御するとともに、第1の所定電圧よりも高い第2の所定電圧を印加することにより試料の表面を原子化する制御部と、を備えることを特徴とする表面分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、導電性（半導体を含む）の試料のごく表面（nmオーダー）の分析を行なう表面分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、走査型トンネル顕微鏡（Scanning Tunneling Microscope＝STM）が開発され、物質表面の凹凸を原子レベルのオーダーで観察することができるようになった。STMの原理は次の通りである。導電性の試料と先端を尖鋭にした金属プローブとの間に所定の電位（通常、0.1～2V程度）を印加して、両者間にトンネル電流が流れるまで両者を近づける。このときのプローブ先端と試料表面との間の距離は、通常数オングストローム程度である。このトンネル電流が一定となるようにプローブと試料との間の距離を制御しつつ、プローブを試料の表面に沿って2次元走査することにより、試料表面の3次元形状を測定することができる。

【0003】プローブと試料との間に印加する電圧を上記観察時の電圧よりも高くして試料の表面の原子を除去することにより、試料表面に微細な加工を行なう方法も既に開発されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】試料の表面の凹凸をこのように高倍率で観察することにより、試料に関する多くの情報が得られるが、観察により得られた表面の凹凸像において特異な箇所等が発見された場合、凹凸像のみではそれ以上の解析は不可能である。

【0005】本発明はこのような課題を解決するために成されたものであり、その目的とするところは、STMによる観察と同程度のレベルのオーダーの微小な領域を

分析することのできる表面分析装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために成された本発明に係る表面分析装置は、

a)先端を尖鋭にしたプローブと、

b)プローブを試料の表面に対して移動可能に保持するプローブ移動手段と、

c)試料及びプローブを囲い、一方の側面にレーザー光導入口、別の一方の側面にイオン放出口を備えた試料容器と、

d)試料容器のレーザー光導入口を通してプローブの先端付近にレーザー光を照射するレーザー光照射手段と、

e)試料容器のイオン放出口より試料容器内のイオンを抽出するイオン抽出手段と、

f)イオン抽出手段により抽出されたイオンの質量分析を行なう質量分析手段と、

g)プローブと試料の表面との間に第1の所定電圧を印加しつつ、プローブと導電性の試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるようにプローブ移動手段を制御するとともに、第1の所定電圧よりも高い第2の所定電圧を印加することにより試料の表面を原子化する制御部と、を備えることを特徴としている。

【0007】

【作用】制御部は最初にプローブと試料の表面との間に第1の所定電圧（通常のSTMにおける観察電圧）を印加しつつ、プローブと試料表面との間を流れるトンネル電流が一定の値となるように、プローブ移動手段によりプローブと試料表面との間の距離を調節し、また、プローブを試料に対して2次元走査させる。なお、もちろん、プローブを固定して試料を移動させてもよいし、両者を共に移動させてもよい。これにより試料表面の凹凸像が測定される。次に制御部は、外部（操作者や自動分析装置の制御部等）から指示された箇所にプローブを移動させ、そこでプローブと試料との間に第2の所定電圧を印加する。第2の所定電圧は第1の所定電圧よりも高いため、試料表面の原子は試料から離れる。試料表面から離れた原子は、レーザー光照射手段からのレーザー光で照射されることによりイオン化する。このイオンはイオン抽出手段により試料容器から引き出され、質量分析手段により質量分析が行なわれる。これにより、観察された試料の表面の所望の箇所の分析を行なうことができる。

【0008】

【実施例】本発明の一実施例である表面分析装置を図1～図4により説明する。本実施例の表面分析装置は図1

(a)に示すように、全体を囲う真空室11の内部に試料部12、抽出電極13、イオンレンズ14、質量分析部15及びイオン検出部16の各装置が配置され、また、側面にレーザー光生成部17が装着されて成る。測

3

定時、真空室11は拡散ポンプ(DP)やターボ分子ポンプ(TMP)、イオンポンプ(IP)等により $10^{-9}$ ~ $10^{-10}$ Torr程度の超高真空に保持される。なお、図1(a)ではTMP及びDPを例示したが、ポンプの種類はこれらに限定されるものではなく、いかなる組み合わせで用いてもかまわない。

【0009】試料部12には、プローブ121と試料122を囲う試料室124が設けられている。試料室124内は図1に示すように別個の排気系で排気を行なうようにしてもよいが、それを設けずに真空室11と同じ真空度(上記超高真空)としてもよい。プローブ121は金属(タングステンW、白金イリジウムPtIr等)製の針の先端を電界研磨等で尖鋭にしたものであり、プローブ駆動部123の下部に取り付けられる。プローブ駆動部123は図2に示すように、プローブ121を保持するプローブホルダ27と、プローブホルダ27をX、Y、Zの各方向に駆動する圧電素子製の駆動体24、25、26から成る。X、Y方向の駆動体24、25はX-Y走査回路22から電圧を印加されることにより伸縮して、プローブ121を試料122の表面に平行に移動させる。Z方向の駆動体26はZ駆動回路23から電圧を印加されることにより伸縮して、プローブ121を試料122の表面に対して垂直に移動させる。導電性のプローブホルダ27と試料122を載置する試料台との間には直流電圧印加回路32及び電流検出回路31が設けられる。これらX-Y走査回路22、Z駆動回路23、直流電圧印加回路32及び電流検出回路31はいずれもプローブ制御部21に接続される。なお、試料室124内には、試料台を大きく移動させるための試料移動機構が備えられているが、図示を省略している。

【0010】図1(b)に示すように、真空室11の側面に設けられたレーザー光生成部17は、窒素( $N_2$ )レーザーを内蔵するレーザー室171と、生成されたレーザー光18を透過させるガラス又は石英製の窓172から成る。このレーザー光生成部17の窓172に対向する試料室124の側壁には、レーザー光18を透過させるためのレーザー光孔125が設けられている。なお、このレーザー光孔125にも、レーザー光18を透過するガラスや石英等の窓を固定してもよい。

【0011】試料室124の他方の側壁にはイオン抽出孔126が設けられている。上記イオン抽出電極13はこのイオン抽出孔126に固定されており、試料室124内のイオンを電氣的にイオンレンズ14の方に引き出す。イオンレンズ14、質量分析部15及びイオン検出部16は従来の質量分析装置で用いられているものと同じものを用いることができる。図1(a)では四重極型質量分析装置を示しているが、飛行時間型等、その他の質量分析装置を使用することも可能である。

【0012】図3に示すように、試料部12、レーザー光生成部17、抽出電極13、イオンレンズ14、質量

4

分析部15、イオン検出部16の各部はそれぞれに設けられた制御部21、ドライバ(DR)41~44及びアンプ45を介して分析制御部46に接続されている。分析制御部46はコンピュータにより構成されており、これには、データ出力用のディスプレイ47及び指示入力用のマウス48等が接続されている。

【0013】本実施例の表面分析装置により試料122の表面の分析を行なう際の手順及び装置の動作を図4のフローチャートにより説明する。まず、分析制御部46がプローブ制御部21を介して直流電圧印加回路32を制御することにより、試料122とプローブ121との間に所定の観察電圧(通常、0.1~2V程度)を印加する(ステップS1)。そして、試料台をZ方向に移動させることにより試料122をプローブ121先端に近づけ、トンネル電流が流れ始めた時点で試料台を停止する。トンネル電流の検出は、電流検出回路31により行なう。次に、X-Y走査回路22によりプローブ121を試料122に対して2次元走査し、その間、トンネル電流の値が一定となるように、Z駆動回路23によりプローブ121を上下させる(ステップS2)。これにより、プローブ121の先端は試料122表面との間に所定の間隔sを保持したまま、試料122の表面の凹凸に沿って移動する。この間のX-Y走査回路22及びZ駆動回路23の駆動電圧の変化を3次元表示することにより、図3に示すような試料表面の凹凸像が得られる(ステップS3)。

【0014】操作者は、ディスプレイ47上の試料表面の凹凸像を見て、分析したい箇所(図3の×印)をマウス48等の入力機器で分析制御部46に指示する(ステップS4)。分析制御部46は、X-Y走査回路22によりプローブ121を指示された箇所に移動し、プローブ121と試料122との間にトンネル電流が流れるまで両者を近づける(ステップS5)。そして、レーザー光生成部17から試料室124内へレーザー光18を照射させるとともに、直流電圧印加回路32によりプローブ121と試料122との間に上記観察電圧よりも高い電圧(通常、5~10V程度)を印加する(ステップS6)。これにより試料122の表面の非常に浅い層(数原子層)の原子のみが試料122の表面を離れ、揮発する。

【0015】揮発した原子はレーザー光18によりイオン化され、抽出電極13により試料室124から引き出される。引き出されたイオン19は、従来の質量分析装置と同様、イオンレンズ14により質量分析部15のイオン入射口に集束され、質量分析部15及びイオン検出部16において質量分析される(ステップS7)。質量分析の結果もディスプレイ47上に表示される(ステップS8)。

【0016】

【発明の効果】従来のEPMA(Electron Probe Micro

Analyzer)、ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)、AES (Auger Electron Spectroscopy) 等の分析装置では、分析したい箇所に電子ビームを照射することにより分析を行なうものであったため、分析領域が微小であるといってもその範囲は $\mu\text{m}$ のオーダーであった。しかし、本発明に係る表面分析装置では、鋭いプローブにより試料表面のごく微小な領域のみを原子化し、質量分析を行なうため、nmオーダーの領域の分析を行なうことができる。また、本発明に係る表面分析装置では、まず通常のSTMと同じ方法により試料の表面の3次元像を測定することができ、次に、その中の任意の箇所の質量分析を行なうことができるため、より多面的な試料の解析を行なうことができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例である表面分析装置の構成を示す縦断面図(a)及び試料部の横断面図(b)。

【図2】 試料部の概略構成図。

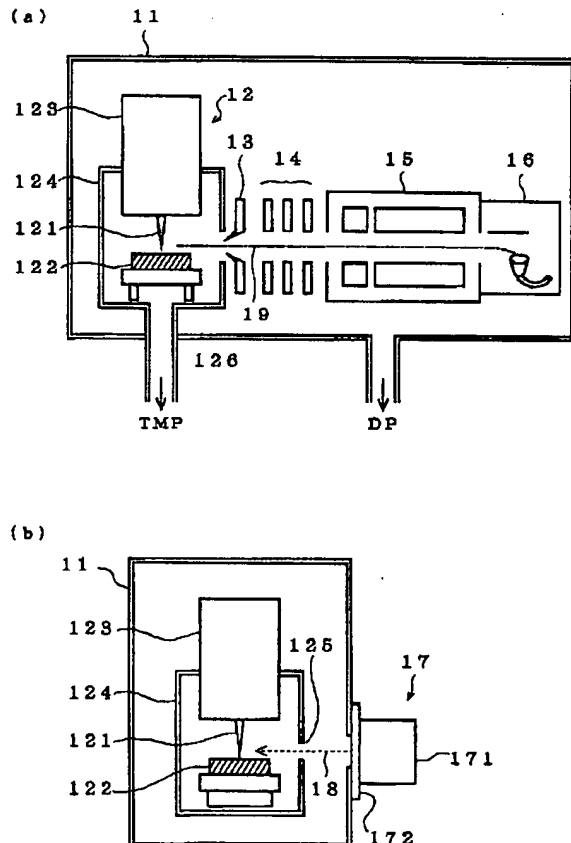
【図3】 実施例の表面分析装置の電気的構成を示すブロック図。

【図4】 実施例の表面分析装置による表面分析の手順を示すフローチャート。

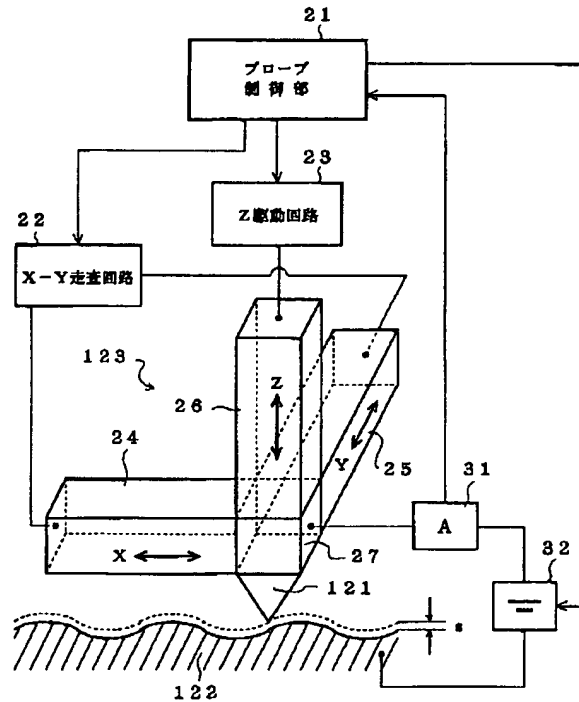
#### 【符号の説明】

- 11…真空室
- 12…試料部
- 121…プローブ
- 122…試料
- 123…プローブ駆動部
- 124…試料室
- 125…レーザー光孔
- 126…イオン抽出孔
- 13…イオン抽出電極
- 14…イオンレンズ
- 15…質量分析部
- 16…イオン検出部
- 17…レーザー光生成部
- 18…レーザー光
- 19…イオン
- 21…プローブ制御部
- 31…電流検出回路
- 32…直流電圧印加回路
- 46…分析制御部

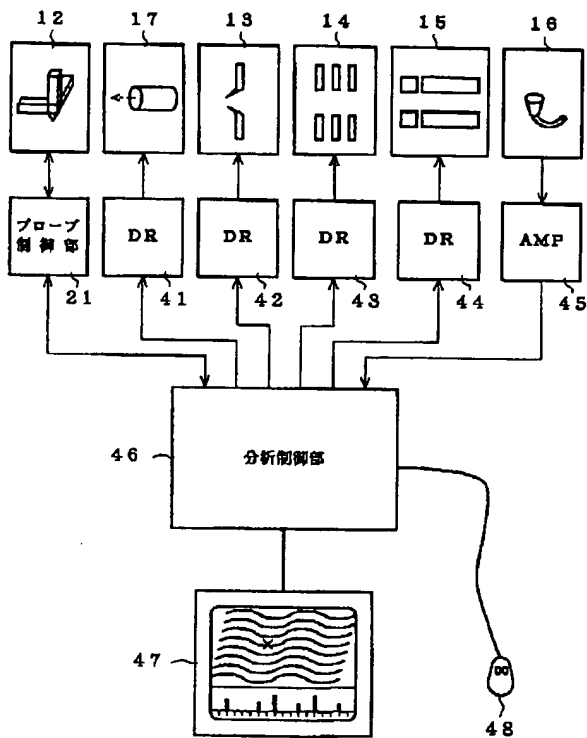
【図1】



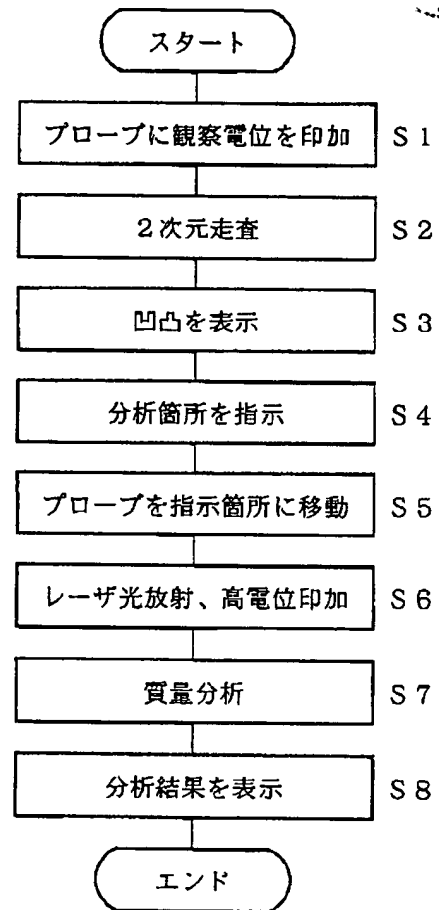
【図2】



【図3】



【図4】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**